

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
2. Mai 2002 (02.05.2002)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 02/34840 A1**

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: **C09B 67/00**

2a, 65824 Schwalbach (DE). **METZ, Hans-Joachim**  
[DE/DE]; Jahnstrasse 36, 64285 Darmstadt (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/12228

(22) Internationales Anmeldedatum:  
23. Oktober 2001 (23.10.2001)

(74) **Anwalt: HÜTTER, Klaus**; Clariant Service GmbH,  
Patente, Marken, Lizenzen, Am Unisys-Park 1, 65843  
Sulzbach (DE).

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(81) **Bestimmungsstaaten (national)**: BR, CN, ID, IN, JP, KR,  
MX, US, ZA.

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(84) **Bestimmungsstaaten (regional)**: europäisches Patent (AT,  
BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC,  
NL, PT, SE, TR).

(30) Angaben zur Priorität:  
100 53 119.9 26. Oktober 2000 (26.10.2000) DE

**Veröffentlicht:**

- mit internationalem Recherchenbericht
- vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden  
Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen  
eintreffen

(72) **Erfinder; und**

(75) **Erfinder/Anmelder (nur für US): WINTER, Martin,**  
**Alexander** [DE/DE]; Wiesenstrasse 71, 65779 Kelkheim  
(DE). **HARZ, Andreas** [DE/DE]; Hofheimer Strasse

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen  
Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on  
Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe  
der PCT-Gazette verwiesen.

(54) **Title:** PHTHALIC ACID IMIDES AS SYNERGISTS FOR IMPROVING THE PROPERTIES OF AQUEOUS PIGMENT  
PREPARATIONS

(54) **Bezeichnung:** PHTHALSÄUREIMIDE ALS SYNERGISTEN ZUR VERBESSERUNG DER EIGENSCHAFTEN WÄSSRI-  
GER PIGMENTPRÄPARATIONEN

(57) **Abstract:** The invention relates to pigment preparations containing (a) at least one organic or inorganic pigment; (b) at least one cyclic imide of general formula (1) wherein R<sup>1</sup> represents a linear-chain, branched or cyclic aliphatic radical having 10 to 30 - preferably 12 to 25 - carbon atoms, or an alkenyl radical having 10 to 30 - preferably 12 to 25 - carbon atoms, the aforementioned radicals being able to be substituted by at least one, e.g. 2, 3, 4 or 5, substituent from the group consisting of C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-alkyl, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-alkoxy, C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-aryl, hydroxy, carboxy, and sulfo, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup> and R<sup>5</sup> are the same or different and represent hydrogen, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-alkyl, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-alkoxy, halogen, OR<sup>6</sup>, NR<sup>6</sup>R<sup>7</sup>, -COOR<sup>6</sup>, -CONR<sup>6</sup>R<sup>7</sup>, -NR<sup>6</sup>-COR<sup>7</sup>, SO<sub>2</sub>NR<sup>6</sup>R<sup>7</sup>, -SO<sub>3</sub>M, -NO<sub>2</sub>, -CN or CF<sub>3</sub>, R<sup>6</sup> and R<sup>7</sup> representing H or an alkyl radical having 1 to 10 C atoms and M representing an equivalent of a cation having a valency of 1 to 3; and (c) optionally further standard additives.

(57) **Zusammenfassung:** Die Erfindung betrifft Pigmentpräparationen, enthaltend a) mindestens ein organisches oder anorganisches Pigment; b) mindestens ein cyclisches Imid der allgemeinen Formel (1), wobei R<sup>1</sup> für einen geradkettigen, verzweigten oder cyclischen aliphatischen Rest mit 10 bis 30, vorzugsweise 12 bis 25, Kohlenstoffatomen; für einen Alkenylrest mit 10 bis 30, vorzugsweise 12 bis 25, Kohlenstoffatomen, wobei die genannten Rest durch ein oder mehrere, z.B. 2, 3, 4 oder 5, Substituenten aus der Gruppe C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkyl, C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkoxy, C<sub>6</sub>-C<sub>10</sub>-Aryl, Hydroxy, Carboxy, Carboxy und Sulfo substituiert sein können, steht; R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>, R<sup>4</sup> und R<sup>5</sup> gleich oder verschieden sind und Wasserstoff, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Alkyl, C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub>-Alkoxy, Halogen, OR<sup>6</sup>, NR<sup>6</sup>R<sup>7</sup>, -COOR<sup>6</sup>, -CONR<sup>6</sup>R<sup>7</sup>, -NR<sup>6</sup>-COR<sup>7</sup>, SO<sub>2</sub>NR<sup>6</sup>R<sup>7</sup>, -SO<sub>3</sub>M, -NO<sub>2</sub>, -CN oder CF<sub>3</sub> bedeuten, wobei R<sup>6</sup> und R<sup>7</sup> für H oder einen Alkylrest mit 1 bis 10 C-Atomen und M für eine Äquivalent eines 1 bis 3 wertigen Kations, steht, und c) gegebenenfalls weitere übliche Zusatzstoffe.



WO 02/34840 A1

## Phthalsäureimide als Synergisten zur Verbesserung der Eigenschaften wässriger Pigmentpräparationen

5

Die vorliegende Erfindung liegt auf dem Gebiet der wässrigen Pigmentpräparationen.

Bei der Herstellung von Präparationen und Dispersionen von Farbmitteln, beispielsweise Dispersionsfarbstoffen, oder anorganischen und organischen  
10 Pigmenten, für Anwendungen in wässrigen oder organischen Medien wird gegenwärtig eine Vielzahl nichtionischer, anionischer sowie kationischer Tenside eingesetzt. Bei der Einarbeitung von Pigmenten bzw. deren Zubereitungen in Anstrichsysteme, Druckfarben, Kunststoffe und anderen Anwendungen treten zuweilen Schwierigkeiten auf, da sich zahlreiche Pigmente im jeweiligen  
15 Anwendungsmedium nur sehr unbefriedigend und unter hohem Dispergieraufwand flockungsstabil feinverteilen lassen. Die anwendungstechnischen Eigenschaften sind deshalb sehr oft unzureichend. So können während des Dispergiervorgangs und auch danach Flockungserscheinungen und Sedimentbildung auftreten, die zu  
20 Viskositätsänderungen des Anwendungsmediums, zu Farbtonänderungen und Verlusten an Farbstärke, Deckvermögen, Glanz, Homogenität, Brillanz sowie schlecht reproduzierbaren Farbtönen und zu hoher Ablaufneigung im Falle von Lacken bei den gefärbten Materialien führen.

25 Zur Verbesserung der Pigmenteigenschaften sind verschiedene Derivate von Pigmentmolekülen bekannt, welche die Dispergierbarkeit verbessern sollen. So werden z.B. Additive für Chinacridonpigmente beschrieben, die auf der chemischen Bindung von Isoindol-1,3-dionen an diese Pigmentklasse beruhen. Ein Beispiel dieser Verbindungsklasse ist das in der US-A-4 478 968  
30 beschriebene 2-(Phthalimidomethyl)-Chinacridon zur Verbesserung der Dispergiereigenschaften des Chinacridon-Pigments.

In der EP-A-0 636 666 werden Imid- sowie Bisimidderivate beschrieben, die sich von Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäureanhydrid ableiten und durch Reaktion mit

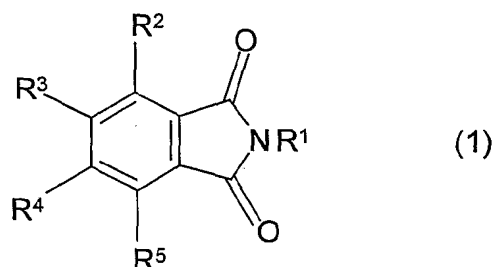
Aminen zugänglich gemacht werden. Diese Imide eignen sich zur Herstellung von Pigmentzubereitungen.

- Keines der in den vorstehenden genannten Druckschriften beschriebenen
- 5 Produkte ist jedoch geeignet, die Fließfähigkeit sowie die Flockungsstabilität von Pigmentdispersionen entscheidend zu verbessern, ohne andere Parameter, wie Farbstärke, Glanz, Farbton und Dispergierbarkeit, nachteilig zu beeinflussen. Ein Nachteil der in den vorstehend genannten Druckschriften beschriebenen Produkte ist unter anderem, dass die selbst intensiv gefärbten und löslichen
- 10 Pigmentderivate unerwünschterweise zum Ausbluten in Bindemittelsystemen oder in Kunststoffen und so zum Einfärben benachbarter Stoffe führen können. Außerdem lassen sich solche von Pigmenten abgeleiteten Verbindungen aufgrund der Schwerlöslichkeit der zugrundeliegenden Pigmente nur unter präparativ schwierigen Bedingungen und unter hohem Kostenaufwand herstellen. Als
- 15 weiterer Nachteil ist die begrenzte Anwendungsbreite, die aufgrund ihrer Eigenfarbe auf Pigmente gleicher oder ähnlicher Farbe beschränkt bleibt.

- Der vorliegenden Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, Pigmentpräparationen zur Verfügung zu stellen, die zur Herstellung gut fließfähiger, flockungsbeständiger
- 20 sowie lagerstabiler Farbmitteldispersionen für den Außen- und Innenanstrich geeignet und weitgehend frei von den vorstehend genannten Nachteilen sind.

- Die genannte Aufgabe wird überraschenderweise gelöst, indem organischen oder anorganischen Pigmenten nachstehend genannte nichtpigmentäre cyclische Imide
- 25 mit aliphatischen oder olefinischen Kohlenstoffketten zugesetzt werden, die nahezu farblos oder nur sehr schwach gefärbt sind.

- Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind Pigmentpräparationen, enthaltend
- a) mindestens ein organisches oder anorganisches Pigment;
- 30 b) mindestens ein cyclisches Imid der allgemeinen Formel (1)



wobei

R¹ für einen geradkettigen, verzweigten oder cyclischen aliphatischen Rest mit 10  
5 bis 30, vorzugsweise 12 bis 25, Kohlenstoffatomen; für einen Alkenylrest mit 10  
bis 30, vorzugsweise 12 bis 25, Kohlenstoffatomen, wobei die genannten Reste  
durch ein oder mehrere, z.B. 2, 3, 4 oder 5, Substituenten aus der Gruppe C₁-C₆-  
Alkyl, C₁-C₆-Alkoxy, C₆-C₁₀-Aryl, Hydroxy, Carboxy und Sulfo substituiert sein  
können;

10

R², R³, R⁴ und R⁵ gleich oder verschieden sind und Wasserstoff, C₁-C₁₀-Alkyl,  
C₁-C₁₀-Alkoxy, Halogen, -OR⁶, -NR⁶R⁷, -COOR⁶, -CONR⁶R⁷, -NR⁶-COR⁷,  
SO₂NR⁶R⁷, -SO₃M, -NO₂, -CN oder CF₃ bedeuten, wobei R⁶ und R⁷ für H oder  
einen Alkylrest mit 1 bis 10 C-Atomen und M für ein Äquivalent eines 1 bis 3  
15 wertigen Kations, z.B. Wasserstoff oder Alkalimetall, steht; und

c) gegebenenfalls weitere übliche Zusatzstoffe.

Verbindungen der Formel (1) als solche sind bekannt. So werden diese  
20 Verbindungen z.B. in der US-A-4 992 204 beschrieben, jedoch nicht zusammen  
mit organischen Pigmenten verwendet.

In der US-A-6 039 769 wird die Verwendung von nicht pigmentären, cyclischen  
Imiden mit kurzen Alkylresten für Perylenpigment-Zubereitungen beschrieben.

25 Bevorzugte Imide der Formel (1) sind solche, in denen  
R¹ Decyl, Dodecyl, Tetradecyl, Octadecyl, Isotridecyl, Lauryl, Oleyl oder Stearyl  
bedeutet.

Bevorzugte Imide der Formel (1) sind weiterhin solche, in denen  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4$  und  $R^5$  gleich oder verschieden sind und Wasserstoff, Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Methoxy, Ethoxy, Amino, Methylamino, Dimethylamino, Ethylamino, Diethylamino, Carboxy,  $\text{COOCH}_3$ , Carbonamid,  $\text{CON}(\text{CH}_3)_2$ , Sulfonamid,  $\text{SO}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$ , Sulfo, Nitro, Cyano oder  $\text{CF}_3$  bedeuten.

Die in den erfindungsgemäßen Pigmentzubereitungen verwendeten Verbindungen der Formel (1) lassen sich nach bekannten Verfahren aus den aromatischen Grundkörpern, vorzugsweise den cyclischen Anhydriden, durch Reaktion mit den entsprechenden Fettaminen herstellen. Dabei sind die cyclischen Anhydride entweder kommerziell erhältlich, oder können durch bekannte Methoden leicht aus den entsprechenden Dicarbonsäuren, z.B. durch Erhitzen sowie durch Behandlung mit starken Säuren oder dehydrierenden Reagenzien hergestellt werden. Von den zahlreichen Fettaminen und den natürlichen Fettaminmischungen sollen hier nur die wichtigsten genannt werden, wie beispielsweise Dodecylamin, Tetradecylamin, Octadecylamin, Isotridecylamin, Cocosfettamin, Laurylamin, Oleylamin, Rapsölfettamin, Stearylamin oder Talgfettamin. Außer den Fettaminen sind noch Harzamine und die daraus herstellbaren Derivate zu erwähnen. Das bei der Reaktion entstehende Wasser kann gegebenenfalls unter Zusatz eines Schleppmittels, beispielsweise eines Kohlenwasserstoffs oder Chlorkohlenwasserstoffs, durch Abdestillieren entfernt werden.

Bevorzugt wird die Amidbildung jedoch ohne Lösungsmittel einfach durch Abdestillieren des entstehenden Reaktionswasser durchgeführt. Aufgrund der quantitativen Ausbeuten an Amid ist keine weitere Reinigung oder Behandlung des Produktes notwendig.

Beispiele für organische Pigmente im Sinne der Erfindung sind Monoazopigmente, Disazopigmente, Disazokondensationspigmente, verlackte Azopigmente, Triphenylmethanpigmente, Thioindigopigmente, Thiazinindigopigmente, Perylenpigmente, Perinonpigmente, Anthanthronpigmente, Diketopyrrolopyrrolpigmente, Dioxazinpigmente, Chinacridonpigmente,

Phthalocyaninpigmente, Isoindolinonpigmente, Isoindolinpigmente, Benzimidazonpigmente, Naphtholpigmente und Chinophthalonpigmente, bevorzugt sind Anthanthronpigmente, Dioxazinpigmente und Phthalocyaninpigmente, sowie saure bis alkalische Ruße aus der Gruppe der Furnaceruße oder Gasruße.

Geeignete anorganische Pigmente sind beispielsweise Titandioxide, Zinksulfide, Eisenoxide, Chromoxide, Ultramarin, Nickel- und Chromantimontitanoxide, Cobaltoxide und Bismutvanadate.

10 Bevorzugte Pigmentpräparationen enthalten

- a) 5 bis 60 Gew.-%, insbesondere 10 bis 50 Gew.-%, Pigment;
- b) 0,1 bis 15 Gew.-%, insbesondere 0,5 bis 10 Gew.-%, des Imids der Formel (1);
- c) 0 bis 50 Gew.-%, insbesondere 1 bis 30 Gew.-% an weiteren Zusatzstoffen; und
- d) 10 bis 80 Gew.-% Wasser, bezogen auf das Gesamtgewicht der

15 Pigmentpräparation.

Weitere Zusatzstoffe sind beispielsweise anionische, kationische oder nichtionische Tenside, schaumreduzierende Mittel, das Eintrocknen verhindernde Mittel und Konservierungsmittel.

20

Als Tenside eignen sich alle bekannten anionischen, kationischen und nichtionischen grenzflächenaktiven Verbindungen. Besonders bewährt haben sich Tenside, die eine oder mehrere mittel- oder langkettige Kohlenwasserstoffketten besitzen. Von der Vielzahl der Verbindungen soll an dieser Stelle nur eine

25 Auswahl aufgeführt werden, ohne jedoch die Anwendbarkeit der erfindungsgemäßen Verbindungen auf diese Beispiele einzuschränken. Beispiele sind Alkylsulfate, Alkenylsulfate, Alkylsulfonate, Alkenylsulfonate, Alkylphosphate, Alkylbenzolsulfonate, wie Laurylsulfat, Stearylsulfat, Dodecylsulfonate, Octadecylsulfate, Dodecylsulfonate; Kondensationsprodukte aus Fettsäure und

30 Taurin oder Hydroxyethansulfonsäure, Alkoxylierungsprodukte von Alkylphenolen, Ricinusölkolophoniumestern, Fettalkoholen, Fettaminen, Fettsäuren, und Fettsäureamiden, insbesondere Umsetzungsprodukte aus Nonylphenol und

kürzerkettigen, substituierten Alkylphenolen sowie deren polymeren Derivaten z.B. Formaldehyd-Kondensationsprodukten.

Werden zur Herstellung der erfindungsgemäßen Pigmentdispersionen Tenside mit  
5 gleichen oder möglichst ähnlichen aliphatischen Resten verwendet, so werden Dispersionen mit besonders guten und anwendungsfreundlichen Eigenschaften erhalten.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Pigmentpräparationen, indem die Verbindung(en) der Formel  
10 (1) und gegebenenfalls die weiteren Zusatzstoffe bei der Pigmentsynthese, oder während eines der üblichen Formierungsschritte wie Mahlung, Dispergierung oder Finish oder auch erst bei der Einarbeitung des Pigments in das Anwendungsmedium zugegeben werden. Die Verbindung der Formel (1) kann dabei in fester oder gelöster Form dem als Feststoff oder als Dispersion in Wasser  
15 oder einem organischen Lösemittel vorliegenden Pigment zugegeben werden.

Dispergier- und Mahlprozesse erfolgen je nach Kornhärte des verwendeten Pigments in bekannter Weise, beispielsweise in Sägezahnrührern (Dissolvern), Rotor-Stator-Mühlen, Turbulent-Schnellmischern, Kugel-, Sand- oder Perlmühlen,  
20 in Knetaggregaten oder auf Walzenstühlen.

Die auf diese Weise hergestellten flüssig bis pastösen Pigmentpräparationen sind für jeden Zweck verfügbar, für den Farbmitteldispersionen üblicherweise anwendbar sind und hohe Anforderungen an Flockungs- und/oder Lagerstabilität,  
25 Viskositätsänderungen des Anwendungsmediums, Farbtonänderungen, Farbstärke, Deckvermögen, Glanz, Homogenität und Brillanz gestellt werden. So eignen sie sich beispielsweise zum Färben natürlicher sowie synthetischer Materialien. Besonders wertvoll sind sie erfindungsgemäß für die Herstellung von Anstrich- und/oder Druckfarben, sowie zum Einfärben von Kunststoffen und  
30 hochmolekularen Materialien, bevorzugt jedoch zur Herstellung von Pigment-Dispersionen, die zusätzlich eines oder mehrere Tenside, Wasser, übliche Mengen an Gerüstsubstanzen oder anderen übliche Zusätzen oder Hilfsstoffen, die in Emulgier- und Dispergierformulierungen verwendet werden, wie z.B. das

Eintrocknen verzögernde Zusätze, enthalten. Auf dieser Basis hergestellte, wässrige Dispersionen eignen sich in hervorragender Weise zur Pigmentierung hydrophiler als auch hydrophober Systeme.

- 5 Neben der Herstellung von Pigmentdispersionen können die erfindungsgemäßen Verbindungen, vorzugsweise in Kombination mit Tensiden, auch zur Herstellung von Dispersionen von Farbstoffen, optischen Aufhellern, sowie für die Formulierung von Pflanzenschutz- und Schädlingsbekämpfungsmitteln, ferner als Emulgier-, Egalisier- und Färbereihilfsmittel zum Färben von natürlichen und  
10 synthetischen Fasermaterialien verwendet werden.

- Die erfindungsgemäßen Pigmentdispersionen sind geeignet als Farbmittel in elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, wie z.B. Ein- oder Zweikomponentenpulvertönern (auch Ein- oder Zweikomponenten-Entwickler  
15 genannt), Magnettonern, Flüssigtonern, Latextonern, Polymerisationstonern sowie Spezialtonern.

- Typische Tonerbindemittel sind Polymerisations-, Polyadditions- und Polykondensationsharze, wie Styrol-, Styrolacrylat-, Styrolbutadien-, Acrylat-,  
20 Polyester-, Phenol-Epoxidharze, Polysulfone, Polyurethane, einzeln oder in Kombination, sowie Polyethylen und Polypropylen, die noch weitere Inhaltsstoffe, wie Ladungssteuermittel, Wachse oder Fließhilfsmittel, enthalten können oder im Nachhinein mit diesen Zusätzen modifiziert werden.

- 25 Des weiteren sind die erfindungsgemäßen Pigmentdispersionen geeignet als Farbmittel in Pulver und Pulverlacken, insbesondere in triboelektrisch oder elektrokinetisch versprühbaren Pulverlacken, die zur Oberflächenbeschichtung von Gegenständen aus beispielsweise Metall, Holz, Kunststoff, Glas, Keramik, Beton, Textilmaterial, Papier oder Kautschuk zur Anwendung kommen.

- 30 Als Pulverlackharze werden typischerweise Epoxidharze, carboxyl- und hydroxylgruppenhaltige Polyesterharze, Polyurethan- und Acrylharze zusammen mit üblichen Härtern eingesetzt. Auch Kombinationen von Harzen finden



Verwendung. So werden beispielsweise häufig Epoxidharze in Kombination mit carboxyl- und hydroxylgruppenhaltigen Polyesterharzen eingesetzt. Typische Härterkomponenten (in Abhängigkeit vom Harzsystem) sind beispielsweise Säureanhydride, Imidazole sowie Dicyandiamid und deren Abkömmlinge, 5 verkappte Isocyanate, Bisacylurethane, Phenol- und Melaminharze, Triglycidylisocyanurate, Oxazoline und Dicarbonsäuren.

Außerdem sind die erfindungsgemäßen Pigmentdispersionen als Farbmittel in Tinten, vorzugsweise Ink-Jet Tinten, wie z.B. auf wässriger oder nichtwässriger 10 Basis, Mikroemulsionstinten sowie in solchen Tinten, die nach dem Hot-melt-Verfahren arbeiten, geeignet.

Ink-Jet-Tinten enthalten im allgemeinen insgesamt 0,5 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 1,5 bis 8 Gew.-%, (trocken gerechnet) der erfindungsgemäßen Pigmentdispersionen.

15 Mikroemulsionstinten basieren auf organischen Lösemitteln, Wasser und ggf. einer zusätzlichen hydrotropen Substanz (Grenzflächenvermittler).

Mikroemulsionstinten enthalten 0,5 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 1,5 bis 8 Gew.-%, der erfindungsgemäßen Pigmentdispersionen, 5 bis 99 Gew.-% Wasser und 0,5 bis 94,5 Gew.-% organisches Lösungsmittel und/oder hydrotrope 20 Verbindung.

"Solvent based" Ink-Jet-Tinten enthalten vorzugsweise 0,5 bis 15 Gew.-% der erfindungsgemäßen Pigmentdispersionen, 85 bis 99,5 Gew.-% organisches Lösungsmittel und/oder hydrotrope Verbindungen.

25

Hot-Melt-Tinten basieren meist auf Wachsen, Fettsäuren, Fettalkoholen oder Sulfonamiden, die bei Raumtemperatur fest sind und bei Erwärmen flüssig werden, wobei der bevorzugte Schmelzbereich zwischen ca. 60 und ca. 140°C liegt. Hot-Melt Ink-Jet-Tinten bestehen z.B. im wesentlichen aus 20 bis 90 Gew.-% 30 Wachs und 1 bis 10 Gew.-% der erfindungsgemäßen Pigmentdispersionen. Weiterhin können 0 bis 20 Gew.-% eines zusätzlichen Polymers (als "Farbstofflöser"), 0 bis 5 Gew.-% Dispergierhilfsmittel, 0 bis 20 Gew.-% Viskositätsveränderer, 0 bis 20 Gew.-% Plastifizierer, 0 bis 10 Gew.-%

Klebrigkeitszusatz, 0 bis 10 Gew.-% Transparenzstabilisator (verhindert z.B. Kristallisation der Wachse) sowie 0 bis 2 Gew.-% Antioxidans enthalten sein. Typische Zusatzstoffe und Hilfsmittel sind z.B. in US-PS 5,560,760 beschrieben.

5

Außerdem sind die erfindungsgemäßen Pigmentdispersionen auch geeignet als Farbmittel für Farbfilter, sowohl für die additive wie für die subtraktive Farberzeugung und für "elektronische Tinten".

- 10 Die erfindungsgemäß hergestellten Pigmentdispersionen sind in jedem Verhältnis mit Wasser mischbar zeichnen sich gegenüber herkömmlichen Pigmentdispersionen durch eine hervorragende Flockungs- sowie Lagerstabilität in zahlreichen wässrigen Dispersionsfarben aus. Werden zur Herstellung der Pigmentdispersionen Tenside verwendet, die mit hydrophoben Lackbindemittel-
- 15 Systemen kompatibel sind, so lassen sich auch in hydrophoben Medien flockungsstabile Dispersionen herstellen. Hervorzuheben sind insbesondere die guten rheologischen Eigenschaften sowie die ausgezeichnete Verteilbarkeit in unterschiedlichen Anwendungsmedien.
- Die erfindungsgemäßen Verbindungen ermöglichen es also, vorzugsweise in
- 20 Kombination mit einem geeigneten Tensid, beim Dispergierprozess die volle Farbstärke und Brillanz der Pigmente nahezu zu erreichen und im Anwendungsmedium dauerhaft zu stabilisieren. Helle und brillante Farbtöne werden durch die geringe Eigenfärbung der Verbindungen nicht beeinträchtigt.

- 25 In den folgenden Beispielen bedeuten Prozentangaben Gewichtsprozent und Tl. Gewichtsteile.

1. Wässrige Präparation mit einem Violett-Pigment (C.I. Pigment Violett 23)  
Präparation A

30

- 1.1 Vergleichspräparation ohne Synergist

Zur Bewertung der erfindungsgemäßen Verbindungen wird zunächst eine Präparation ohne Synergist hergestellt. Diese Präparation wird dann sowohl in eine Weißdispersion als auch in das Lacksystem eingerührt und ausgefärbt. Diese Ausfärbungen dienen als Standard, mit dem die neuen Präparationen verglichen werden.

Bestandteile:

- |           |  |
|-----------|--|
| 20 %      | C.I. Pigment Violett 23  |
| 10 21 %   | Gemisch nichtionischer Dispergatoren (Polyphenol/Fettalkoholethoxylat) |
| 1 %       | Gemisch langkettiger Fettsäuren  |
| 10 %      | Glycerin   |
| 10 %      | Propylenglykol   |
| 0,2 %     | Konservierungsmittel   |
| 15 37,8 % | entsalztes Wasser  |

- Zur Herstellung der Pigmentpräparationen werden zunächst in einer Laborperlmühle analog der in den Beispielen aufgeführten Rezepturen die flüssigen Bestandteile, homogenisiert. Mit einer Sägezahnscheibe wird dann das pulverförmige Pigment eingearbeitet und dabei die Menge Wasser so gewählt, das ein homogener, relativ hochviskoser, gut rührbarer Teig entsteht. Anschließend wird der Mahlkörper (1 mm Siliciumdioxidperlen) zugegeben und 60 min gemahlen. Nach dem ersten Durchmischen des Mahlmediums zu Beginn der Mahlung wird die optimale Mahlviskosität durch Zugabe von Wasser entsprechend eingestellt.
- 25 Nach der Mahlung wird der Mahlkörper durch Zentrifugation abgetrennt. Zur Eignungsprüfung wird diese Pigmentpräparation 1 %ig in eine kommerziell erhältliche Standardweißdispersion eingerührt, in dünnem Film appliziert und danach coloristisch ausgewertet.
- 30 Ebenso erfolgt die Einarbeitung in einen Prüflack zur Beurteilung der Lackverträglichkeit der Pigmentpräparation. Neben der Einarbeitung der Pigmentpräparation in den Prüflack durch ca. 10 min Einrühren mit einem Spatel wird eine analoge Probe durch ca. 10 min. Einrühren mit einer Dissolverscheibe

hergestellt. Beide Proben werden bezüglich der Farbstärke miteinander verglichen. Dabei deuten Werte nahe bei 100% auf ausgezeichnete Dispergierung und hohe Lackverträglichkeit der Pigmentpräparation hin.

- 5 Zur Prüfung der Verteilbarkeit bzw. der Flockungsbeständigkeit im Anwendungsmedium wird ein Teil des Films nach kurzem Antrocknen mit einem Pinsel oder mit einem Finger unter mäßigem Druck wiederholt nachgerieben. Lässt sich die Pigmentpräparation nur unbefriedigend im Prüfmedium verteilen oder fand beim Einbringen der Präparation in das Prüfmedium ein
- 10 Flockulationsprozeß statt, so werden flockulierte bzw. agglomerierte Pigmentpartikel durch die durch Reibung auf den Film ausgeübte Scherkraft zumindest teilweise entflockuliert bzw. entagglomeriert. Die so behandelte Fläche weist dann entweder eine höhere Farbstärke und/oder einen unregelmäßigeren oder ungleichen Farbton im Vergleich zur ungeriebenen Fläche auf. Der Rub-out
- 15 Test eignet sich als einfacher, aber meist sehr sensibler Test, um die Qualität bezüglich der Verteilbarkeit und der Flockungsbeständigkeit einer Pigmentpräparation relativ einfach zu beurteilen. Ein derartiger Test ist in der Literatur vielfach beschrieben, z.B. in FARBE & LACKE 100, Jahrgang 6/2000, 51-61.
- 20 Zur Prüfung der Lagerstabilität wird eine Probe der Pigmentpräparation bei 50-60°C in einem verschlossenem Gefäß für 4 bis 5 Wochen warmgelagert. Die Viskosität der Proben wird sowohl vor als auch nach dieser Lagerung gemessen. Bei der Präparationen ohne Synergist zeigten sich starke rub-out Effekte, d.h. die
- 25 geriebene Fläche der Ausfärbungen weist eine höhere Farbstärke sowie starke Unregelmäßigkeiten im Farbton auf. Außerdem dicken die Präparationen sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 50-60°C innerhalb weniger Tage zu einer festen Masse ein, die auch durch Aufrühren oder Aufschütteln nicht mehr zu verflüssigen ist und anwendungstechnisch nicht mehr als Pigmentpräparation zu gebrauchen
- 30 ist.

## 1.2 Präparation mit Synergist 1

### Herstellung des Synergisten 1:

- 74,06 Teile Phthalsäureanhydrid und 133,75 Teile Oleylamin werden bei Raumtemperatur gemischt und unter Rühren und Stickstoffatmosphäre 4 Stunden auf 130°C erwärmt. Dabei wird das entstehende Reaktionswasser kontinuierlich abdestilliert.

### Herstellung der Pigmentpräparation:

- |    |        |   |
|----|--------|---|
| 10 | 20 %   | C.I. Pigment Violett 23   |
|    | 21 %   | Gemisch nichtionischer Dispergatoren<br>(Polyphenol/Fettalkoholethoxylat) |
|    | 2 %    | Synergist 1   |
|    | 1 %    | Gemisch langkettiger Fettsäuren   |
| 15 | 10 %   | Glycerin  |
|    | 10 %   | Propylenglykol  |
|    | 0,2 %  | Konservierungsmittel  |
|    | 35,8 % | entsalztes Wasser   |
- 20 Die Pigmentpräparation wird wie in Beispiel 1.1 beschrieben, aber unter Verwendung obiger Rezeptur sowie des oben beschriebenen Synergisten 1 hergestellt. Zur Eignungsprüfung werden 1 % dieser Pigmentpräparation in kommerziell erhältliche Standardweißdispersion eingerührt, in dünnem Film appliziert und danach coloristisch ausgewertet. Ebenso erfolgte die Einarbeitung in
- 25 einen Prüflack zur Beurteilung der Lackverträglichkeit der Pigmentpräparation. Neben der Einarbeitung der Pigmentpräparation in den Prüflack durch ca. 10 min Einrühren mit einem Spatel wird eine analoge Probe durch ca. 10 min. Einrühren mit einer Dissolverscheibe hergestellt. Beide Proben werden bezüglich der Farbstärke miteinander verglichen (HR-Verteilung).
- 30 Zur Prüfung der Verteilbarkeit bzw. der Flockungsbeständigkeit im Anwendungsmedium wird ein Teil des Films nach kurzem Antrocknen mit einem Pinsel oder mit einem Finger unter mäßigem Druck wiederholt nachgerieben (Rub-out Test).

## Ergebnisse:

|   |                                |  |
|---|--------------------------------|--|
| 5 | rel. Farbstärke (matt, 1 %ig): | 107 %, dC=1.36 (III reiner),<br>dH=-0.32 (II blauer, dE=1.4    |
|   | rel. Farbstärke (lack, 1 %ig): | 103 %, dC=-0.32 (II trüber),<br>dH= -0.49 (II blauer), dE=0.59 |
|   | HR-Verteilung:                 | 106%   |
|   | Viskosität (frisch):           | 911.9 mPas   |
|   | Viskosität (4 Wochen/50°C):    | 1554.0 mPas  |

- 10 Die erfindungsgemäß hergestellte Pigmentpräparation erweist sich als lagerstabil, d.h. die Probe blieb trotz der Warmlagerung für 4 Wochen bei 50°C sehr gut fließfähig. Die Hand-Rührer (HR) Verteilung von nur 106 % ist ein Beweis für die ausgezeichnete Dispergierung und die hohe Lackverträglichkeit der Pigmentpräparation. Bei der Präparationen zeigten sich keinerlei rub-out Effekte,
- 15 d.h. die geriebene Fläche der Ausfärbungen weist eine identische Farbstärke sowie keine Unregelmäßigkeiten im Farbton auf. Die Ausprüfung dieser Pigmentpräparation in kommerziell erhältliche Standardweißdispersion ergibt neben dem deutlichen Farbstärkegewinn einen zudem deutlich reineren Farbton im Vergleich zu der Präparation ohne den erfindungsgemäßen Synergisten.

20

## 1.3 Präparation mit Synergist 2

## Herstellung des Synergisten 2:

- 25 Gemäß Beispiel 1.2 aus 74,06 Tl. Phthalsäureanhydrid und 131,0 Tl. Talgfettamin.

## Herstellung der Pigmentpräparation:

- Die Pigmentpräparation wird wie in Beispiel 1.1 beschrieben, aber unter
- 30 Verwendung des obigen Synergisten 2 sowie der unter Beispiel 1.2 aufgeführten Rezeptur hergestellt und wie vorstehend beschrieben geprüft.

Ergebnisse:

rel. Farbstärke (matt, 1 %ig): 105 %, dC=1.07(III reiner),  
dH=-0.32 (II blauer), dE=1.12  
rel. Farbstärke (lack 1 %ig): 97 %, dC=-0.46 (II trüber),  
dH= -0.40 (II blauer), dE=0.61  
HR-Verteilung: 106 %  
Viskosität (frisch): 839.6 mPas  
Viskosität (4 Wochen/50°C): 1032.0 mPas

- 10 Die erfindungsgemäß hergestellte Pigmentpräparation erweist sich als ausgezeichnet lagerstabil, d.h. die Probe blieb trotz der Warmlagerung für 4 Wochen bei 50°C sehr gut fließfähig. Bei der Präparationen zeigten sich keinerlei rub-out Effekte, d.h. die geriebene Fläche der Ausfärbungen weist eine identische Farbstärke sowie keine Unregelmäßigkeiten im Farbton auf. Die Ausprüfung
- 15 dieser Pigmentpräparation in kommerziell erhältliche Standardweißdispersion ergibt neben dem deutlichen Farbstärkegewinn einen zudem deutlich reineren Farbton im Vergleich zu der Präparation ohne den erfindungsgemäßen Synergisten.

#### 20 1.4 Präparation mit Synergist 3

Herstellung des Synergisten 3:

Gemäß Beispiel 1.2 aus 58,5 Tl. Phthalsäureanhydrid und 106,5 Tl. Octadecylamin (95 %ig).

25

Herstellung der Pigmentpräparation:

Die Pigmentpräparation wird wie in Beispiel 1.1 beschrieben, aber unter Verwendung des obigen Synergisten 3 sowie der unter Beispiel 1.2 aufgeführten

30 Rezeptur hergestellt und wie vorstehend beschrieben geprüft.

Ergebnisse:

rel. Farbstärke (matt, 1 %ig): 108 %, dC=1.35(III reiner),

|                                |             |                                |
|--------------------------------|-------------|--------------------------------|
|                                |             | dH=-0.30 (II blauer), dE=1.39  |
| rel. Farbstärke (lack, 1 %ig): | 96 %,       | dC=-0.69 (III trüber),         |
|                                |             | dH= -0.44 (II blauer), dE=0.82 |
| HR-Verteilung:                 | 106 %       |                                |
| 5 Viskosität (frisch):         | 683.7 mPas  |                                |
| Viskosität (4 Wochen/50°C):    | 1034.0 mPas |                                |

- Die erfindungsgemäß hergestellte Pigmentpräparation erweist sich als ausgezeichnet lagerstabil, d.h. die Probe blieb trotz der Warmlagerung für 4
- 10 Wochen bei 50°C sehr gut fließfähig. Bei der Präparationen zeigten sich keinerlei rub-out Effekte, d.h. die geriebene Fläche der Ausfärbungen weist eine identische Farbstärke sowie keine Unregelmäßigkeiten im Farbton auf. Die Ausprüfung dieser Pigmentpräparation in kommerziell erhältliche Standardweißdispersion ergibt neben dem deutlichen Farbstärkegewinn einen zudem deutlich reineren
- 15 Farbton im Vergleich zu der Präparation ohne den erfindungsgemäßen Synergisten.

## 2. Wässrige Präparation mit C.I. Pigment Violett 23 Präparation B

20

### 2.1 Vergleichspräparation ohne Synergist

- Zur Bewertung der erfindungsgemäßen Verbindungen wird zunächst eine Präparation ohne Synergist hergestellt. Diese Präparation wird dann in eine
- 25 Weißdispersion eingerührt und ausgefärbt. Diese Ausfärbungen dienen als Standard, mit dem die neuen Präparationen verglichen werden.

#### Bestandteile:

- 30 % C.I. Pigment Violett 23
- 30 12 % Gemisch nichtionischer Dispergatoren (Polyphenol/Fettalkoholethoxylat)
- 20,0 % Propylenglykol
- 0,2 % Konservierungsmittel
- 37,8 % entsalztes Wasser



Herstellung und Eignungsprüfung der Pigmentpräparation wie unter 1.1 beschrieben.

Bei der Präparationen ohne Synergist zeigten sich starke rub-out Effekte, d.h. die geriebene Fläche der Ausfärbungen weist eine höhere Farbstärke sowie starke

- 5 Unregelmäßigkeiten im Farbton auf. Außerdem dicken die Präparationen sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 50-60°C innerhalb weniger Tage zu einer festen Masse ein, die auch durch Aufrühren oder Aufschütteln nicht mehr zu verflüssigen ist und anwendungstechnisch nicht mehr als Pigmentpräparation zu gebrauchen ist.

10

## 2.2 Präparation mit Synergist 2

Herstellung des Synergisten 2:

- 15 Gemäß Beispiel 1.2 aus 74,06 Tl. Phthalsäureanhydrid und 133,75 Tl. Oleylamin.

Bestandteile der Pigmentpräparation:

- 30 % C.I. Pigment Violett 23  
12 % Gemisch nichtionischer Dispergatoren  
20 (Polyphenol/Fettalkoholethoxylat)  
4 % Synergist 2  
20,0 % Propylenglykol  
0,2 % Konservierungsmittel  
33,8 % entsalztes Wasser

25

Ergebnisse:

rel. Farbstärke (matt, 1 %ig): 101 %, dC=0.43 (II reiner),  
dH=-0.12 (I blauer), dE=0.45

Viskosität (frisch): 762.1 mPas

- 30 Viskosität (4 Wochen/50°C): 800.0 mPas

Die erfindungsgemäß hergestellte Pigmentpräparation erweist sich als ausgezeichnet lagerstabil, d.h. die Probe blieb trotz der Warmlagerung für 4

Wochen bei 50°C sehr gut fließfähig. Bei der Präparation zeigten sich keinerlei rub-out Effekte, d.h. die geriebene Fläche der Ausfärbungen weist eine identische Farbstärke sowie keine Unregelmäßigkeiten im Farbton auf. Die Ausprüfung dieser Pigmentpräparation in kommerziell erhältliche Standardweißdispersion ergibt zudem einen deutlich reineren Farbton im Vergleich zu der Präparation ohne den erfindungsgemäßen Synergisten.

Ebenso verbessert der erfindungsgemäße Synergist das Mahlverhalten positiv. Während ohne Synergist die Temperatur der Pigmentpräparation während der Mahlung nicht wesentlich über 25°C steigen sollte, um Eindicken zu vermeiden, kann die Präparation mit Synergist noch bei 60°C bis zum Erreichen der Zielfarbstärke gemahlen werden. Es ist dabei keine wesentliche Beeinträchtigung der coloristischen Daten im Vergleich zur Mahlung bei 25°C zu beobachten.

3. Wässrige Präparation mit einem Rot-Pigment (C.I. Pigment Red 168)

### 3.1 Vergleichspräparation ohne Synergist

Zur Bewertung der erfindungsgemäßen Verbindungen wird zunächst eine Präparation ohne Synergist hergestellt. Diese Präparation wird dann in eine Weißdispersion eingerührt und ausgefärbt. Diese Ausfärbungen dienen als Standard mit dem die neuen Präparationen verglichen werden.

#### Bestandteile:

|    |        |  |
|----|--------|--|
| 25 | 35 %   | C.I. Pigment Red 168   |
|    | 10 %   | Gemisch nichtionischer Dispergatoren (Fettalkoholethoxylate) |
|    | 10,0 % | Propylenglykol   |
|    | 10,0 % | Diethylenglykol  |
|    | 0,2 %  | Konservierungsmittel   |
| 30 | 34,8 % | entsalztes Wasser  |

Herstellung und Eignungsprüfung der Pigmentpräparation wie unter 1.1 beschrieben.

- Bei der Präparationen ohne Synergist zeigten sich starke rub-out Effekte, d.h. die geriebene Fläche der Ausfärbungen weist eine höhere Farbstärke sowie starke Unregelmäßigkeiten im Farbton auf. Außerdem dicken die Präparationen sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 50-60°C innerhalb weniger Tage zu einer festen Masse ein, die auch durch Aufrühren oder Aufschütteln nicht mehr zu verflüssigen ist und anwendungstechnisch nicht mehr als Pigmentpräparation zu gebrauchen ist.

### 3.2. Präparation mit Synergist 2

10

Herstellung des Synergisten 2:

Gemäß Beispiel 1.2 aus 74.06 Tl. Phthalsäureanhydrid und 133.75 Tl. Oleylamin.

#### 15 Bestandteile der Pigmentpräparation:

- |           |  |
|-----------|--|
| 35 %      | C.I. Pigment Red 168   |
| 10 %      | Gemisch nichtionischer Dispergatoren (Fettalkoholethoxylate) |
| 4 %       | Synergist  |
| 10,0 %    | Propylenglykol   |
| 20 10,0 % | Diethylenglykol  |
| 0,2 %     | Konservierungsmittel   |
| 30,8 %    | entsalztes Wasser  |

#### Ergebnisse:

- |                             |  |
|-----------------------------|--|
| 25 rel. Fst. (matt, 3 %ig): | 105 %, dC=0.58 (II reiner), dH=0.41 (II gelber), dE=0.76 |
| rel. Fst. (lack, 3 %ig):    | 100 %, dC=0.15 (I reiner), dH= -0.04 (/=/), dE=0.16      |
| Viskosität (frisch):        | 209,0 mPas   |
| Viskosität (4 Wochen/50°C): | 316,7 mPas   |

- 30 Die erfindungsgemäß hergestellte Pigmentpräparation erweist sich als ausgezeichnet lagerstabil, d.h. die Probe blieb trotz der Warmlagerung für 4 Wochen bei 50°C sehr gut fließfähig. Bei der Ausprüfung der Präparationen

(3 %ig, Weißdispersion und Lack) zeigten sich keinerlei rub-out Effekte, d.h. die geriebene Fläche der Ausfärbungen weist eine identische Farbstärke sowie keine Unregelmäßigkeiten im Farbton auf. Die Ausprüfung dieser Pigmentpräparation in kommerziell erhältlichen Standardweißdispersion sowie im Lacksystem ergibt  
5 zudem einen deutlich reineren Farbton im Vergleich zu der Präparation ohne den erfindungsgemäßen Synergisten. Ebenso verbessert der erfindungsgemäße Synergist das Mahlverhalten positiv. Während ohne Synergist die Temperatur der Pigmentpräparation während der Mahlung nicht wesentlich über 25°C steigen sollte, um Eindicken zu vermeiden, kann die Präparation mit Synergist noch bei  
10 60°C bis zum Erreichen der Zielfarbstärke gemahlen werden. Es ist dabei keine wesentliche Beeinträchtigung der coloristischen Daten im Vergleich zur Mahlung bei 25°C zu beobachten.

4. Wässrige Präparation mit einem Grün-Pigment (C.I. Pigment Green 7)  
15

#### 4.1 Vergleichspräparation ohne Synergist

Zur Bewertung der erfindungsgemäßen Verbindungen wird zunächst eine Präparation ohne Synergist hergestellt. Diese Präparation wird dann in eine  
20 Weißdispersion eingerührt und ausgefärbt. Diese Ausfärbungen dienen als Standard mit dem die neuen Präparationen verglichen werden.

#### Bestandteile:

|        |  |
|--------|--|
| 45 %   | C.I. Pigment Green 7   |
| 25 8 % | Gemisch nichtionischer Dispergatoren (Fettalkoholethoxylate) |
| 19,0 % | Diethylenglykol  |
| 0,2 %  | Konservierungsmittel   |
| 27,8 % | entsalztes Wasser  |

30 Herstellung und Eignungsprüfung der Pigmentpräparation wie unter 1.1 beschrieben.

Bei der Präparationen ohne Synergist zeigten sich starke rub-out Effekte, d.h. die geriebene Fläche der Ausfärbungen weist eine höhere Farbstärke sowie starke

Unregelmäßigkeiten im Farbton auf. Außerdem dicken die Präparationen sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 50-60°C innerhalb weniger Tage zu einer festen Masse ein, die auch durch Aufrühren oder Aufschütteln nicht mehr zu verflüssigen ist und anwendungstechnisch nicht mehr als Pigmentpräparation zu gebrauchen  
5 ist.

#### 4.2 Präparation mit Synergist 2

Herstellung des Synergisten 2:

10

Gemäß Beispiel 1.2 aus 74,06 Tl. Phthalsäureanhydrid und 133,75 Tl. Oleylamin.

Bestandteile:

|        |  |
|--------|--|
| 45 %   | C.I. Pigment Green 7   |
| 15 8 % | Gemisch nichtionischer Dispergatoren (Fettalkoholethoxylate) |
| 3 %    | Synergist  |
| 19,0 % | Diethylenglykol  |
| 0,2 %  | Konservierungsmittel   |
| 24,8 % | entsalztes Wasser  |

20

Ergebnisse:

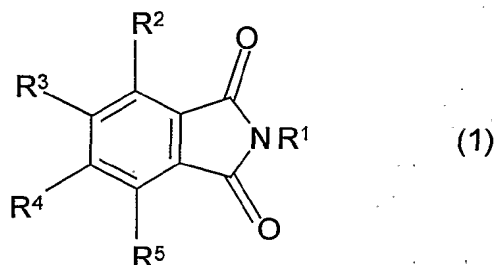
|                                |  |
|--------------------------------|--|
| rel. Farbstärke (matt, 1 %ig): | 105 %, dC=-0.33 (II trüber),<br>dH=0.41 (II blauer), dE=0.54 |
| rel. Farbstärke (lack, 1 %ig): | 105 %, dC=0.22 (I reiner),<br>25 dH= -0.07 (/=/), dE=0.24    |
| Viskosität (frisch):           | 305,5 mPas   |
| Viskosität (4 Wochen/50°C):    | 712,1 mPas   |

Die erfindungsgemäß hergestellte Pigmentpräparation erweist sich als  
30 ausgezeichnet lagerstabil, d.h. die Probe blieb trotz der Warmlagerung für  
4 Wochen bei 50°C sehr gut fließfähig. Bei der Ausprüfung der Präparationen  
(1 %ig, Weißdispersion und Lack) zeigten sich keinerlei rub-out Effekte, d.h. die  
geriebene Fläche der Ausfärbungen weist eine identische Farbstärke sowie keine

- Unregelmäßigkeiten im Farbton auf. Die Ausprüfung dieser Pigmentpräparation in kommerziell erhältlichen Lacksystem ergibt zudem einen reineren Farbton im Vergleich zu der Präparation ohne den erfindungsgemäßen Synergisten. Ebenso verbessert der erfindungsgemäße Synergist das Mahlverhalten positiv. Während
- 5 ohne Synergist die Temperatur der Pigmentpräparation während der Mahlung nicht wesentlich über 25°C steigen sollte, um Eindicken zu vermeiden, kann die Präparation mit Synergist noch bei 60°C bis zum Erreichen der Zielfarbstärke gemahlen werden. Es ist dabei keine wesentliche Beeinträchtigung der coloristischen Daten im Vergleich zur Mahlung bei 25°C zu beobachten.

## Patentansprüche:

- 1) Pigmentpräparation, enthaltend
- a) mindestens ein organisches oder anorganisches Pigment;
- 5 b) mindestens ein cyclisches Imid der allgemeinen Formel (1)



wobei

- 10  $R^1$  für einen geradkettigen, verzweigten oder cyclischen aliphatischen Rest mit 10 bis 30 Kohlenstoffatomen; für einen Alkenylrest mit 10 bis 30 Kohlenstoffatomen, wobei die genannten Reste durch ein oder mehrere Substituenten aus der Gruppe  $C_1$ - $C_6$ -Alkyl,  $C_1$ - $C_6$ -Alkoxy,  $C_6$ - $C_{10}$ -Aryl, Hydroxy, Carboxy und Sulfo substituiert sein können, steht;

15

$R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4$  und  $R^5$  gleich oder verschieden sind und Wasserstoff,  $C_1$ - $C_{10}$ -Alkyl,  $C_1$ - $C_{10}$ -Alkoxy, Halogen,  $-OR^6$ ,  $-NR^6R^7$ ,  $-COOR^6$ ,  $-CONR^6R^7$ ,  $-NR^6-COR^7$ ,  $SO_2NR^6R^7$ ,  $-SO_3M$ ,  $-NO_2$ ,  $-CN$  oder  $CF_3$  bedeuten, wobei  $R^6$  und  $R^7$  für H oder einen Alkylrest mit 1 bis 10 C-Atomen und M für ein Äquivalent eines 1 bis 3

20

wertigen Kations, steht; und

- c) gegebenenfalls weitere übliche Zusatzstoffe.

- 2) Pigmentpräparation nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass
- 25  $R^1$  Decyl, Dodecyl, Tetradecyl, Octadecyl, Isotridecyl, Lauryl, Oleyl oder Stearyl bedeutet.

- 3) Pigmentpräparation nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass  $R^2$ ,  $R^3$ ,  $R^4$  und  $R^5$  gleich oder verschieden sind und Wasserstoff, Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Methoxy, Ethoxy, Amino, Methylamino, Dimethylamino, Ethylamino, Diethylamino, Carboxy,  $\text{COOCH}_3$ , Carbonamid,  $\text{CON}(\text{CH}_3)_2$ ,  
5 Sulfonamid,  $\text{SO}_2\text{N}(\text{CH}_3)_2$ , Sulfo, Nitro, Cyano oder  $\text{CF}_3$  bedeuten.
- 4) Pigmentpräparation nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass das organische Pigment a) ein Monoazopigment, Disazopigment, Disazokondensationspigment, verlacktes Azopigment,  
10 Triphenylmethanpigment, Thioindigopigment, Thiazinindigopigment, Perylenpigment, Perinonpigment, Anthanthronpigment, Diketopyrrolopyrrolpigment, Dioxazinpigment, Chinacridonpigment, Phthalocyaninpigment, Isoindolinonpigment, Isoindolinpigment, Benzimidazolonpigment, Naphtholpigment oder Chinophthalonpigment, oder Ruß  
15 ist.
- 5) Pigmentpräparation nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, enthaltend  
a) 5 bis 60 Gew.-%, insbesondere 10 bis 50 Gew.-%, Pigment;  
20 b) 0,1 bis 15 Gew.-%, insbesondere 0,5 bis 10 Gew.-%, des Imids der Formel (1);  
c) 0 bis 50 Gew.-%, insbesondere 1 bis 30 Gew.-% an weiteren Zusatzstoffen; und  
d) 10 bis 80 Gew.-% Wasser, bezogen auf das Gesamtgewicht der Pigmentpräparation.
- 25 6) Pigmentpräparation nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass der weitere Zusatzstoff ein anionisches, kationisches oder nichtionisches Tensid ist.
- 7) Pigmentpräparation nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das  
30 Tensid eine Verbindung aus der Gruppe der Alkylsulfate, Alkenylsulfate, Alkylsulfonate, Alkenylsulfonate, Alkylphosphate, Alkylbenzolsulfonate; Kondensationsprodukte aus Fettsäure und Taurin oder Hydroxyethansulfonsäure;



Alkoxylierungsprodukte von Alkylphenolen, Ricinusölkolophoniumestern, Fettalkoholen, Fettaminen, Fettsäuren und Fettsäureamiden ist.

- 8) Verfahren zur Herstellung einer Pigmentpräparation nach mindestens  
5 einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Verbindung der  
Formel (1) dem Pigment während seiner Synthese, Mahlung, Dispergierung  
und/oder Finish zugegeben wird.
- 9) Verwendung einer Pigmentpräparation nach einem oder mehreren der  
10 Ansprüche 1 bis 7 als Farbmittel für die Herstellung von Anstrichfarben, Lacken,  
Druckfarben, elektrophotographischen Tonern und Entwicklern, Pulverlacken,  
Tinten, und zum Einfärben von Kunststoffen.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 01/12228

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
IPC 7 C09B67/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C09B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, BEILSTEIN Data

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

| Category * | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages   | Relevant to claim No. |
|------------|--|-----------------------|
| X          | EP 1 020 496 A (BAYER AG)<br>19 July 2000 (2000-07-19)<br>Zusammenfassung; Seiten 2-3, Absatz (0006); Seite 5, Absatz (0015); Seite 7, Absatz (0025), Ansprüche 9 und 6. | 1-9                   |
| A          | GB 1 435 247 A (BAYER AG)<br>12 May 1976 (1976-05-12)<br>Spalte 1, Zeilen 9-33; Spalte 4, Zeilen 74-95.  | 1-9                   |
| A          | US 3 453 130 A (FELD RAOUL)<br>1 July 1969 (1969-07-01)<br>Spalte 1, Zeilen 14-18 und 32-43; Spalte 4, Beispiel VI.  | 1-9                   |



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

25 March 2002

Date of mailing of the international search report

05/04/2002

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Weisbrod, T

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 01/12228

| Patent document<br>cited in search report |   | Publication<br>date | Patent family<br>member(s) | Publication<br>date |
|---|---|---------------------|----------------------------|---------------------|
| EP 1020496                                | A | 19-07-2000          | US 6039769 A               | 21-03-2000          |
|   |   |                     | CN 1261611 A               | 02-08-2000          |
|   |   |                     | EP 1020496 A1              | 19-07-2000          |
|   |   |                     | JP 2000178460 A            | 27-06-2000          |
|   |   |                     | US 6224665 B1              | 01-05-2001          |
|   |   |                     | US 6153764 A               | 28-11-2000          |
|   |   |                     | US 6143068 A               | 07-11-2000          |
| GB 1435247                                | A | 12-05-1976          | DE 2342293 A1              | 24-04-1975          |
|   |   |                     | FR 2241654 A1              | 21-03-1975          |
| US 3453130                                | A | 01-07-1969          | GB 1104939 A               | 06-03-1968          |
|   |   |                     | BE 665167 A                | 01-10-1965          |
|   |   |                     | DE 1467461 A1              | 28-11-1968          |
|   |   |                     | FR 1437065 A               | 22-07-1966          |
|   |   |                     | NL 6507432 A               | 13-12-1965          |

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/12228

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 7 C09B67/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
IPK 7 C09B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, BEILSTEIN Data

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie* | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile   | Betr. Anspruch Nr. |
|------------|--|--------------------|
| X          | EP 1 020 496 A (BAYER AG)<br>19. Juli 2000 (2000-07-19)<br>Zusammenfassung; Seiten 2-3, Absatz (0006); Seite 5, Absatz (0015); Seite 7, Absatz (0025), Ansprüche 9 und 6.<br>--- | 1-9                |
| A          | GB 1 435 247 A (BAYER AG)<br>12. Mai 1976 (1976-05-12)<br>Spalte 1, Zeilen 9-33; Spalte 4, Zeilen 74-95.<br>----   | 1-9                |
| A          | US 3 453 130 A (FELD RAOUL)<br>1. Juli 1969 (1969-07-01)<br>Spalte 1, Zeilen 14-18 und 32-43; Spalte 4, Beispiel VI.<br>-----  | 1-9                |



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

\*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

\*E\* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

\*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

\*O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

\*P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

\*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

\*X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

\*Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

\*&\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

25. März 2002

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

05/04/2002

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Weisbrod, T

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichung, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/12228

| Im Recherchenbericht<br>angeführtes Patentdokument | Datum der<br>Veröffentlichung | Mitglied(er) der<br>Patentfamilie | Datum der<br>Veröffentlichung |
|--|-------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|
| EP 1020496   | A                             | 19-07-2000                        | US 6039769 A 21-03-2000       |
|  |                               | CN 1261611 A 02-08-2000           |                               |
|  |                               | EP 1020496 A1 19-07-2000          |                               |
|  |                               | JP 2000178460 A 27-06-2000        |                               |
|  |                               | US 6224665 B1 01-05-2001          |                               |
|  |                               | US 6153764 A 28-11-2000           |                               |
|  |                               | US 6143068 A 07-11-2000           |                               |
| GB 1435247   | A                             | 12-05-1976                        | DE 2342293 A1 24-04-1975      |
|  |                               | FR 2241654 A1 21-03-1975          |                               |
| US 3453130   | A                             | 01-07-1969                        | GB 1104939 A 06-03-1968       |
|  |                               | BE 665167 A 01-10-1965            |                               |
|  |                               | DE 1467461 A1 28-11-1968          |                               |
|  |                               | FR 1437065 A 22-07-1966           |                               |
|  |                               | NL 6507432 A 13-12-1965           |                               |